

PATENT

Customer No. 31561
Attorney Docket No.: 9170-US-PA

1724

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of

Applicant : Morimitsu Nakamura et al.
Application No. : 10/064,503
Filed : July 23, 2002
For : APPARATUS AND METHOD FOR PURIFYING AIR
USED IN CRYOGENIC AIR SEPARATION
Examiner :

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS

Washington, D.C. 20231 :

RECEIVED
AUG 28 2002
TC 1700

Dear Sirs:

Transmitted herewith is a certified copy of Japan Application No.: 2001-239159; 2001-328366, filed on: 08/07/2001; 10/25/2001.

A return prepaid postcard is also included herewith.

Respectfully Submitted,
JIANQ CHYUN Intellectual Property Office

Dated: August 21, 2002

By: Belinda Lee
Belinda Lee
Registration No.: 46,863

Please send future correspondence to:

7F.-1, No. 100, Roosevelt Rd.,
Sec. 2, Taipei 100, Taiwan, R.O.C.
Tel: 886-2-2369 2800
Fax: 886-2-2369 7233 / 886-2-2369 7234



日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office

出願年月日

Date of Application:

2001年10月25日

出願番号

Application Number:

特願2001-328366

[ST.10/C]:

[JP2001-328366]

出願人

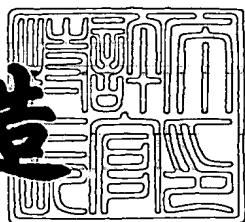
Applicant(s):

日本酸素株式会社

2002年4月23日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2002-3030495

【書類名】 特許願
【整理番号】 J92121B1
【提出日】 平成13年10月25日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 F25J 3/04
【発明の名称】 空気液化分離用空気の精製装置および方法
【請求項の数】 11
【発明者】
【住所又は居所】 東京都港区西新橋1丁目16番7号 日本酸素株式会社
内
【氏名】 中村 守光
【発明者】
【住所又は居所】 東京都港区西新橋1丁目16番7号 日本酸素株式会社
内
【氏名】 藤江 和彦
【発明者】
【住所又は居所】 東京都港区西新橋1丁目16番7号 日本酸素株式会社
内
【氏名】 川井 泰朗
【発明者】
【住所又は居所】 東京都港区西新橋1丁目16番7号 日本酸素株式会社
内
【氏名】 川井 雅人
【特許出願人】
【識別番号】 000231235
【氏名又は名称】 日本酸素株式会社
【代理人】
【識別番号】 100064908
【弁理士】

【氏名又は名称】 志賀 正武

【選任した代理人】

【識別番号】 100108578

【弁理士】

【氏名又は名称】 高橋 詔男

【選任した代理人】

【識別番号】 100089037

【弁理士】

【氏名又は名称】 渡邊 隆

【選任した代理人】

【識別番号】 100101465

【弁理士】

【氏名又は名称】 青山 正和

【選任した代理人】

【識別番号】 100094400

【弁理士】

【氏名又は名称】 鈴木 三義

【選任した代理人】

【識別番号】 100107836

【弁理士】

【氏名又は名称】 西 和哉

【選任した代理人】

【識別番号】 100108453

【弁理士】

【氏名又は名称】 村山 靖彦

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2001-239159

【出願日】 平成13年 8月 7日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008707

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9706458

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 空気液化分離用空気の精製装置および方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 空気を低温蒸留により主として窒素と酸素とに分離する空気液化分離に原料として用いられる空気を精製する装置であって、

空気中に含まれる水分を選択的に吸着する吸着剤からなる第1吸着層と、第1吸着層を経た空気中の窒素酸化物および／または炭化水素を選択的に吸着する吸着剤からなる第2吸着層とを備えた吸着筒を有する吸着器を備え、

第2吸着層を構成する吸着剤が、イオン交換可能なカチオンとしてマグネシームを含むX型ゼオライトであることを特徴とする空気液化分離用空気の精製装置。

【請求項2】 第2吸着層を構成する吸着剤は、ナトリュームX型ゼオライトのナトリュームの一部または全部をマグネシームにイオン交換した吸着剤であることを特徴とする請求項1記載の空気液化分離用空気の精製装置。

【請求項3】 カチオン中のマグネシームのイオン交換率が、40%以上であることを特徴とする請求項2記載の空気液化分離用空気の精製装置。

【請求項4】 第2吸着層を構成する吸着剤は、イオン交換可能なカチオンとしてマグネシームとカルシームとを含むX型ゼオライトであることを特徴とする請求項1記載の空気液化分離用空気の精製装置。

【請求項5】 カチオン中のマグネシームのイオン交換率が、5%以上であることを特徴とする請求項4記載の空気液化分離用空気の精製装置。

【請求項6】 第2吸着層を構成する吸着剤として、マグネシームを含むX型ゼオライトに代えて、イオン交換可能なカチオンとしてカルシームとマグネシームを含むA型ゼオライトを用いることを特徴とする請求項1記載の空気液化分離用空気の精製装置。

【請求項7】 カチオン中のマグネシームのイオン交換率が、5%以上であることを特徴とする請求項6記載の空気液化分離用空気の精製装置。

【請求項8】 第1吸着層と第2吸着層との間に、空気中の二酸化炭素を選択的に吸着する吸着剤からなる第3吸着層が設けられていることを特徴とする請

求項1記載の空気液化分離用空気の精製装置。

【請求項9】 空気を低温蒸留により主として窒素と酸素とに分離する空気液化分離に原料として用いられる空気を精製する方法であって、

空気中に含まれる水分を選択的に吸着する吸着剤からなる第1吸着層と、第1吸着層を経た空気中の窒素酸化物および／または炭化水素を選択的に吸着する吸着剤からなる第2吸着層とを備えた吸着筒を有する吸着器を備え、第2吸着層を構成する吸着剤が、イオン交換可能なカチオンとしてマグネシュームを含むX型ゼオライトである精製装置を用い、

原料空気中の水分を第1吸着層で吸着除去した後、この空気中の窒素酸化物および／または炭化水素を第2吸着層で吸着除去することを特徴とする空気液化分離用空気の精製方法。

【請求項10】 第2吸着層において、二酸化炭素を吸着除去することを特徴とする請求項9記載の空気液化分離用空気の精製方法。

【請求項11】 第1吸着層と第2吸着層との間に、空気中の二酸化炭素を選択的に吸着する吸着剤からなる第3吸着層が設けられた精製装置を用い、第1吸着層を経た空気中の二酸化炭素を、第3吸着層で吸着除去することを特徴とする請求項9記載の空気液化分離用空気の精製方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、空気を低温蒸留することにより窒素と酸素を分離する空気液化分離に原料として用いられる空気を精製する装置および方法に関し、特に、原料空気中の窒素酸化物および／または炭化水素を効率よく除去することができる精製装置および方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

窒素、酸素、アルゴンなどを製造するには、空気を低温蒸留により分離する空気液化分離が行われている。

原料となる空気を空気液化分離に供給するにあたっては、微量の不純物を除去

することを目的として、原料空気の精製が行われている。原料空気の精製では、主に水と二酸化炭素が除去される。

液化分離の際には、窒素より沸点が高い酸素を液化させて分離するため、分離された液化酸素中に、酸素よりも高沸点の物質である窒素酸化物（例えば一酸化二窒素（N₂O））や炭化水素が濃縮することがある。

窒素酸化物および炭化水素は、低温下で固化し、熱交換器、蒸留塔内に蓄積し、これらを閉塞するおそれがある。またこれらが液化酸素中で爆発の原因となるのを未然に防ぐ必要がある。

このため、原料空気の精製に際しては、安全性確保の観点から、窒素酸化物および炭化水素を除去し、これらが濃縮されるのを防ぐことが要望されている。

窒素酸化物および炭化水素を除去する技術としては、ゼオライトなどからなる吸着剤を用いて、これらを吸着除去する方法がある。

【0003】

特開2000-107546号公報には、それぞれ水分、二酸化炭素、一酸化二窒素に対応した3種類の吸着剤からなる第1～第3吸着層を積層した吸着筒を用いて、水分、二酸化炭素、一酸化二窒素を除去する装置が開示されている。

一酸化二窒素を除去する吸着剤としては、カルシューム交換Xゼオライト、ナトリュームモルデン沸石、バリウム交換ゼオライト、バインダーレスカルシューム交換ゼオライトが例示されている。

また、特開2000-140550号公報には、空気中の一酸化二窒素の少なくとも一部をフォージャサイト型ゼオライトを含有する吸着剤で除去する装置が開示されている。

また、特開2001-129342号公報には、水分、二酸化炭素を除去した後の空気中の窒素酸化物と炭化水素を吸着剤を用いて除去する装置が開示されている。この吸着剤としては、Si/A1比率が0.9～1.3の範囲であり、カルシュームイオンと他のイオンの混合物を含むX型ゼオライトが挙げられている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記従来技術では、窒素酸化物や炭化水素（特に不飽和炭化水素以外のもの）を効率よく除去するのが難しいのが現状であり、窒素酸化物や炭化水素を効率的に除去することができる技術が要望されていた。特に、安全性確保の観点から、一酸化二窒素（N₂O）の除去技術の確立が強く望まれていた。

本発明は、上記事情に鑑みてなされたもので、空気液化分離用空気を精製するにあたり、窒素酸化物および／または炭化水素を効率よく除去することができる精製装置および方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明の空気液化分離用空気の精製装置は、空气中に含まれる水分を選択的に吸着する吸着剤からなる第1吸着層と、第1吸着層を経た空気中の窒素酸化物および／または炭化水素を選択的に吸着する吸着剤からなる第2吸着層とを備えた吸着筒を有する吸着器を備え、第2吸着層を構成する吸着剤が、イオン交換可能なカチオンとしてマグネシュームを含むX型ゼオライトであることを特徴とする。

第2吸着層を構成する吸着剤は、ナトリュームX型ゼオライトのナトリュームの一部または全部をマグネシュームにイオン交換した吸着剤であることが好ましい。

カチオン中のマグネシュームのイオン交換率は、40%以上とするのが好ましい。

第2吸着層を構成する吸着剤としては、イオン交換可能なカチオンとしてマグネシュームとカルシュームとを含むX型ゼオライトを用いることもできる。

カチオン中のマグネシュームのイオン交換率は、5%以上とするのが好ましい。

第2吸着層を構成する吸着剤としては、マグネシュームを含むX型ゼオライトに代えて、イオン交換可能なカチオンとしてカルシュームとマグネシュームを含むA型ゼオライトを用いることができる。

カチオン中のマグネシュームのイオン交換率は、5%以上とするのが好ましい。

本発明の精製装置では、第1吸着層と第2吸着層との間に、空気中の二酸化炭素を選択的に吸着する吸着剤からなる第3吸着層を設けることができる。

【0006】

本発明の空気液化分離用空気の精製方法は、空气中に含まれる水分を選択的に吸着する吸着剤からなる第1吸着層と、第1吸着層を経た空気中の窒素酸化物および／または炭化水素を選択的に吸着する吸着剤からなる第2吸着層とを備えた吸着筒を有する吸着器を備え、第2吸着層を構成する吸着剤が、イオン交換可能なカチオンとしてマグネシュームを含むX型ゼオライトである精製装置を用い、原料空気中の水分を第1吸着層で吸着除去した後、この空気中の窒素酸化物および／または炭化水素を第2吸着層で吸着除去することを特徴とする。

本発明の精製方法では、第2吸着層において、二酸化炭素を吸着除去することもできる。

本発明の精製方法では、第1吸着層と第2吸着層との間に、空気中の二酸化炭素を選択的に吸着する吸着剤からなる第3吸着層が設けられた精製装置を用い、第1吸着層を経た空気中の二酸化炭素を、第3吸着層で吸着除去することができる。

【0007】

【発明の実施の形態】

図1は、本発明の空気液化分離用空気の精製装置の第1の実施形態を示す系統図である。

ここに示す精製装置は、原料空気RAを圧縮する空気圧縮機1と、圧縮された原料空気を冷却する冷却器2と、原料空气中のドレン水を分離する水分離器3と、水分離器3を経た原料空气中の不純物を除去する吸着器4と、加熱器5とを主要な構成機器としている。符号6は、空気液化分離装置を示す。

【0008】

水分離器3は、加圧により原料空气中の飽和水を凝縮させ、凝縮水を分離することができるようになっている。

吸着器4は、第1および第2の吸着筒7、8から構成されており、原料空気をこれら吸着筒7、8のうちいずれかに導入することができるようになっている。

この吸着器4は、一方の吸着筒で吸着処理を行う間に、他方の吸着筒の再生処理を行うことができるよう構成され、吸着筒7、8を切り替え使用することによって連続的に原料空気の精製を行うようになっている。

【0009】

第1および第2の吸着筒7、8は、水分を選択的に吸着可能な吸着剤からなる第1吸着層7a、8aと、窒素酸化物および／または炭化水素を選択的に吸着可能な吸着剤からなる第2吸着層7b、8bとを備えている。第2吸着層7b、8bは、第1吸着層7a、8aに対し空気流通方向下流側に設けられている。

【0010】

第1吸着層7a、8aを構成する吸着剤としては、アルミナゲル、シリカゲルを挙げることができる。

第2吸着層7b、8bを構成する吸着剤としては、イオン交換可能なカチオンとしてマグネシュームを含むX型ゼオライトを用いるのが好ましい。

【0011】

マグネシュームを含むX型ゼオライトとしては、ナトリュームX型ゼオライトのナトリュームの一部または全部をマグネシュームにイオン交換したもの（マグネシュームX型ゼオライトまたはナトリューム・マグネシュームX型ゼオライト）が好適である。

カチオン中のマグネシュームのイオン交換率（イオン交換性カチオン中のマグネシュームの比率）は、40%以上であることが好ましい。

なお、イオン交換率は、重量%で表す。

【0012】

この吸着剤としては、イオン交換可能なカチオンとして、マグネシュームとカルシュームを含むもの（マグネシューム・カルシュームX型ゼオライト）を用いきることもできる。

カチオン中のマグネシュームのイオン交換率は、5%以上であることが好ましい。

【0013】

X型ゼオライトは、その骨格を構成するシリカとアルミナの比率（Si/A1

比) が約1.0から1.5であることが知られており、特にSi/A1比が1.15以下のものは慣習的に低シリカX型ゼオライト(LSX)と呼ばれている。本発明では、X型ゼオライトのSi/A1比は特に限定されないが、Si/A1比が1.0~1.5であるものを使用することができる。

【0014】

第2吸着層7b、8bを構成する吸着剤としては、イオン交換可能なカチオンとして、カルシュームおよびマグネシュームを含むA型ゼオライト(マグネシューム・カルシュームA型ゼオライト)を用いることができる。

カチオン中のマグネシュームのイオン交換率は、5%以上であることが好ましい。

【0015】

第2吸着層7b、8bを構成する吸着剤としては、上記マグネシュームX型ゼオライト、ナトリューム・マグネシュームX型ゼオライト、マグネシューム・カルシュームX型ゼオライト、マグネシューム・カルシュームA型ゼオライトのうち1種を用いることもできるし、これらのうち2種以上を用いることもできる。

【0016】

次に、図1に示した精製装置を使用した場合を例として、本発明の精製方法の第1の実施形態を説明する。

原料空気RAは、経路L1を経て圧縮機1で圧縮され、冷却器2で所定の温度まで冷却され、水分離器3において水分が除去された後、吸着器4に導入される。

吸着器4では、この原料空気は、第1および第2の吸着筒7、8のうちいずれか一方に導入される。以下、原料空気が第1吸着筒7に導入される場合を例として説明する。

【0017】

経路L2aを通して吸着筒7に導入された原料空気は、まず上流側の第1吸着層7aに導入され、原料空気中の水分が吸着除去される。

第1吸着層7aを経た空気は、下流側の第2吸着層7bに導入され、ここで窒素酸化物および/または炭化水素が吸着除去される。第2吸着層7bでは、二酸

化炭素も除去される。

第2吸着層7bを経た空気は、経路L3a、L4を通して精製空気として空気液化分離装置6に導入され、ここで低温蒸留され、窒素(N2)、酸素(O2)、アルゴン(Argon)などが分離される。

【0018】

以下、吸着器4の動作について詳しく説明する。

第1吸着筒7で吸着処理が行われている際には、原料空気が導入されない第2吸着筒8で、吸着剤の再生処理が行われる。

第2吸着筒8における再生処理には、空気液化分離装置6からの廃ガスが再生ガスとして用いられる。すなわち、この廃ガスは、経路L5を経て加熱器5で100～250°Cに加温された後、経路L6、L7bを経て第2吸着筒8に導入され、吸着剤を加温する。これによって、吸着剤に吸着された水、二酸化炭素、窒素酸化物、炭化水素などが脱着し、吸着剤は再生される。

第2吸着筒8を経た廃ガスは、経路L8b、L9を通して排出される。

【0019】

第2吸着筒8の吸着剤の再生処理が終了した後には、空気液化分離装置6からの廃ガスを、加熱器5を迂回する経路L10を経て、経路L6、L7bを通して第2吸着筒8に導入する。この廃ガスは加熱器5を通らないため低温であることから、再生処理で加熱された吸着剤を冷却することができる。

【0020】

第1吸着筒7内の吸着剤が吸着飽和に近づくと、原料空気の第1吸着筒7への供給を停止し、原料空気を経路L2bを通して第2吸着筒8に導入する。

原料空気は第1吸着層8aで水分が除去され、第2吸着層8bで窒素酸化物および／または炭化水素が除去された後、経路L3b、L4を通して精製空気として空気液化分離装置6に導入される。

【0021】

第2吸着筒8で吸着処理が行われている際には、空気液化分離装置6からの廃ガスが加熱器5で加温された後、経路L6、L7aを経て第1吸着筒7に導入され、吸着剤を再生させる。第1吸着筒7を経た廃ガスは、経路L8a、L9を通して

して排出される。

第1吸着筒7の吸着剤の再生処理が終了した後には、空気液化分離装置6からの廃ガスを、経路L10、L6、L7aを通して第1吸着筒7に導入し、吸着剤を冷却することができる。

このように、この精製方法では、一方の吸着筒で吸着処理を行う間に、他方の吸着筒の再生処理を行い、これら吸着筒7、8を切り替え使用することによって連続的に原料空気の精製を行う。

【0022】

本実施形態の精製装置では、水分を選択的に吸着する吸着剤からなる第1吸着層7a、8aと、窒素酸化物および/または炭化水素を選択的に吸着する吸着剤からなる第2吸着層7b、8bとを備えた吸着筒7、8を有する吸着器4を備え、第2吸着層7b、8bを構成する吸着剤が、マグネシュームX型ゼオライト、ナトリューム・マグネシュームX型ゼオライト、マグネシューム・カルシュームX型ゼオライト、マグネシューム・カルシュームA型ゼオライトのうち1種または2種以上などであるので、窒素酸化物および/または炭化水素を効率よく除去することができる。

したがって、空気液化分離装置6において、蒸留物中に窒素酸化物や炭化水素が濃縮されるのを未然に防ぎ、安全性の向上を図ることができる。

【0023】

図2は、本発明の精製装置の第2の実施形態を示すもので、ここに示す精製装置は、吸着筒7、8の第1吸着層7a、8aと第2吸着層7b、8bとの間に、二酸化炭素を選択的に除去可能な吸着剤からなる第3吸着層7c、8cが設けられている点で、図1に示す精製装置と異なる。

この精製装置では、第1実施形態の精製装置と同様に、第2吸着層7b、8bを構成する吸着剤として、上述のマグネシュームX型ゼオライト、ナトリューム・マグネシュームX型ゼオライト、マグネシューム・カルシュームX型ゼオライト、マグネシューム・カルシュームA型ゼオライトのうち1種または2種以上などを用いることができる。

【0024】

第3吸着層7c、8cに用いられる吸着剤としては、ナトリュームを含むX型ゼオライト（ナトリュームX型ゼオライト）、ナトリュームを含むA型ゼオライト（ナトリュームA型ゼオライト）、カルシュームを含むA型ゼオライト（カルシュームA型ゼオライト）を挙げることができる。

【0025】

次に、図2に示した精製装置を使用した本発明の精製方法の第2の実施形態を説明する。

この精製装置を用いて原料空気RAの精製を行う際には、原料空気は第1吸着層7a、8aで水分が除去され、第3吸着層7c、8cで二酸化炭素が除去され、第2吸着層8a、8bで窒素酸化物および／または炭化水素が除去された後、経路L3a、L3b、L4を通して精製空気として空気液化分離装置6に導入される。

【0026】

本実施形態の精製装置では、第1実施形態の精製装置と同様に、窒素酸化物および／または炭化水素を効率よく除去することができる。

したがって、空気液化分離装置6において、蒸留物中に窒素酸化物や炭化水素が濃縮されるのを未然に防ぎ、安全性の向上を図ることができる。

さらに、本実施形態の精製装置では、第1吸着層7a、8aと第2吸着層7b、8bとの間に、二酸化炭素を吸着除去する第3吸着層7c、8cが設けられているので、空気中の二酸化炭素を除去した後に、この空気を第2吸着層7b、8bに供給することができる。

したがって、第2吸着層7b、8bにおける、窒素酸化物および／または炭化水素の除去率を向上させることができる。

【0027】

本発明の精製装置では、水分除去用の水分吸着層と、二酸化炭素除去用の二酸化炭素吸着層とを有する吸着筒を備えた従来型の精製装置の二酸化炭素吸着層よりも下流側に、上記吸着剤（ナトリューム・マグネシュームX型ゼオライトなど）からなる吸着層を設けた構成も可能である。

この場合には、既存の精製装置の吸着筒に、上記吸着剤（ナトリューム・マグ

ネシュームX型ゼオライトなど)を追加充填することによって、本発明の構成を得ることができるため、設備に要するコストを低く抑えることができる。

【0028】

【実施例】

(試験1)

ナトリュームX型ゼオライト(NaX)を、マグネシュームイオンを含む溶液に30分間浸漬させるイオン交換処理を3回行い、イオン交換性カチオン中のマグネシューム含有率(マグネシュームのイオン交換率)が約65%となった吸着剤(NaMgX)を得た。

さらに、イオン交換処理の回数や時間を調節することによって、マグネシュームのイオン交換率を変えた複数種の吸着剤(NaMgX)を作製した。

【0029】

これら吸着剤を用いて一酸化二窒素の吸着試験を行った結果を図3に示す。

図3より、マグネシュームのイオン交換率が40%以上において急激な吸着量の増加が見られることから、マグネシュームのイオン交換率を40%以上とすることによって、一酸化二窒素に関する吸着特性を向上させることができることがわかる。

【0030】

(試験2)

カルシュームX型ゼオライト(CaX)を、マグネシュームイオンを含む溶液に30分間浸漬させるイオン交換処理を20回行い、イオン交換性カチオン中のマグネシューム含有率(マグネシュームのイオン交換率)が約55%となった吸着剤(MgCaX)を得た。

さらに、イオン交換処理の回数や時間を調節することによって、マグネシュームのイオン交換率を変えた複数種の吸着剤(MgCaX)を作製した。

【0031】

これら吸着剤を用いて一酸化二窒素の吸着試験を行った結果を図4に示す。

図4より、マグネシュームのイオン交換率が増加するに従い、吸着量が増加することがわかる。

マグネシュームのイオン交換率が5%以上で、明らかに有意な吸着量の増加が見られることから、マグネシュームのイオン交換率を5%以上とすることによって、一酸化二窒素に関する吸着特性を向上させることができることがわかる。

【003·2】

(試験3)

カルシュームA型ゼオライト(CaA)を、マグネシュームイオンを含む溶液に30分間浸漬させるイオン交換処理を20回行い、イオン交換性カチオン中のマグネシューム含有率(マグネシュームのイオン交換率)が約55%となった吸着剤(MgCaA)を得た。

さらに、イオン交換処理の回数や時間を調節することによって、マグネシュームのイオン交換率を変えた複数種の吸着剤(MgCaA)を作製した。

【003·3】

これら吸着剤を用いて一酸化二窒素の吸着試験を行った結果を図5に示す。

図5より、マグネシュームのイオン交換率が増加するに従い、吸着量が比例的に増加することがわかる。

マグネシュームのイオン交換率が5%以上である場合に、イオン交換率0%の場合に比べて10%以上の吸着量増加が見られることから、マグネシュームのイオン交換率を5%以上とすることによって、一酸化二窒素に関する吸着特性を向上させることができることがわかる。

【003·4】

(試験4)

第2吸着層7b、8bを構成する吸着剤(窒素酸化物および/または炭化水素を選択的に吸着可能なものの)の吸着特性の評価試験を行った。この試験では一酸化二窒素を窒素酸化物として用いた。

一酸化二窒素は空气中で0.3ppm前後しか存在しない微量成分であるため、空気中の分圧が低い。そこで、低圧下における一酸化二窒素吸着量を測定した。各種吸着剤に対し一酸化二窒素を吸着させ、これら吸着剤の一酸化二窒素に関する吸着等温線を作成した。吸着試験の温度条件は10°Cとした。得られた吸着等温線を図6に示す。

【0035】

図6より、従来の精製装置に使用されているナトリュームX型ゼオライト(NaX)に比べ、ナトリューム・マグネシームX型ゼオライト(NaMgX、マグネシーム交換率65%)、マグネシーム・カルシームX型ゼオライト(MgCaX、マグネシーム交換率55%)は、一酸化二窒素の吸着量が高いことがわかる。

【0036】

また図6より、ナトリュームX型ゼオライト(NaX)に比べ、カルシームA型ゼオライト(CaA)、マグネシーム・カルシームA型ゼオライト(MgCaA、マグネシーム交換率55%)は、一酸化二窒素の吸着量が高いことがわかる。

また図6より、カルシームA型ゼオライト(CaA)に比べ、マグネシーム・カルシームA型ゼオライト(MgCaA)は、一酸化二窒素の吸着量が高いことがわかる。

【0037】

さらに図6より、ナトリューム・マグネシームX型(NaMgX)は、カルシームA型ゼオライト(CaA)に比べ、工業的な精製処理条件に相当する低圧下(平衡圧力1.5Pa以下)では一酸化二窒素吸着量が多いことがわかる。

【0038】

以上より、カチオンとしてマグネシームを含んだX型またはA型ゼオライトの吸着剤を用いることによって、一酸化二窒素に対する優れた吸着特性を得ることができることがわかる。

【0039】

(試験5)

吸着対象を一酸化二窒素と二酸化炭素として、次に示す吸着試験を行った。この試験では、吸着対象を含むガスを吸着層に接触させ、吸着層を通過したガス中における吸着対象の濃度を測定した。

図7～図9はナトリュームX型ゼオライト(NaX)の試験結果を示すものである。図8は一酸化二窒素を吸着対象とする破過曲線を示し、図9は二酸化炭素

を吸着対象とする破過曲線を示し、図7は、一酸化二窒素と二酸化炭素を同時に吸着させたときの破過曲線を示す。

図8および図9より、二酸化炭素に比べ一酸化二窒素は破過するまでの時間が短いことがわかる。

図7より、これら一酸化二窒素と二酸化炭素を同時に吸着させた場合でも、一酸化二窒素の破過が早かったことがわかる。

よって、従来の二酸化炭素除去用として使われているナトリュームX型ゼオライト(NaX)を用いた場合には、二酸化炭素と一酸化二窒素とを同時に効率よく吸着除去することは困難であることがわかる。

【0040】

(試験6)

吸着対象を一酸化二窒素と二酸化炭素として吸着試験を行った。試験方法は試験5に準じた。

図10～図12はナトリューム・マグネシュームX型ゼオライト(NaMgX、マグネシューム交換率65%)の試験結果を示すものである。図11は一酸化二窒素を吸着対象とする破過曲線を示し、図12は二酸化炭素を吸着対象とする破過曲線を示し、図10は、一酸化二窒素と二酸化炭素を同時に吸着させたときの破過曲線を示す。

図11および図12より、二酸化炭素の場合と一酸化二窒素の場合を比較して、破過するまでの時間に大きな差はないことがわかる。また一酸化二窒素の吸着帯が比較的長いことがわかる。

図10より、一酸化二窒素と二酸化炭素を同時に吸着させた場合、これら各成分の破過時間は、各成分を単独で吸着させた場合(図11、12を参照)とほぼ同等であることがわかる。また一酸化二窒素の吸着帯が二酸化炭素の吸着の影響を受けてやや短くなることがわかる。

【0041】

この試験結果から、ナトリューム・マグネシュームX型ゼオライト(NaMgX)を用いた場合には、二酸化炭素と一酸化二窒素とを同時に吸着除去することができることがわかる。

このため、第1吸着層に水分を選択的に吸着する吸着剤を用い、第2吸着層にナトリューム・マグネシーム-X型ゼオライト (NaMgX) を用いることによって、水分、窒素酸化物、二酸化炭素を効率的に除去することができる。

【0042】

(試験7)

吸着対象を一酸化二窒素と二酸化炭素として吸着試験を行った。試験方法は試験5に準じた。

図13～図15はマグネシーム・カルシームA型ゼオライト (MgCaA) の試験結果を示すものである。図14は一酸化二窒素を吸着対象とする破過曲線を示し、図15は二酸化炭素を吸着対象とする破過曲線を示し、図13は、一酸化二窒素と二酸化炭素を同時に吸着させたときの破過曲線を示す。

図13より、一酸化二窒素と二酸化炭素を同時に吸着させた場合、これら各成分の破過時間は、各成分を単独で吸着させた場合(図14、15を参照)とほぼ同等またはそれ以上となったことがわかる。

この試験結果から、マグネシーム・カルシームA型ゼオライト (MgCaA) を用いた場合には、二酸化炭素と一酸化二窒素とを同時に効率よく吸着除去することができることがわかる。

【0043】

(実施例1)

図2に示す精製装置を用いて、次のようにして原料空気の精製を行った。

吸着筒7、8は、上流側から下流側に向けて、アルミナゲルからなる第1吸着層7a、8a、ナトリュームX型ゼオライト (NaX) からなる第3吸着層7c、8c、ナトリューム・マグネシームX型ゼオライト (NaMgX) からなる第2吸着層7b、8bを備えた構成とした。

原料空気を、空気圧縮機1で550kPaに圧縮し、冷却器2で10℃まで冷却した後、吸着器4において、原料空気中の不純物(水分、二酸化炭素および窒素酸化物)を吸着除去した。原料空気中の一酸化二窒素濃度は、0.3ppmであった。吸着筒7、8は、4時間ごとに切り替え使用した。

この試験の結果、吸着器4からの導出ガス中には、水分、二酸化炭素、一酸化

二窒素が検出されなかった。

【0044】

【発明の効果】

本発明の空気液化分離用空気の精製装置では、空気中の水分を吸着する吸着剤からなる第1吸着層と、窒素酸化物および／または炭化水素を吸着する吸着剤からなる第2吸着層とを備えた吸着筒を有する吸着器を備え、第2吸着層を構成する吸着剤が、イオン交換可能なカチオンとしてマグネシュームを含むX型ゼオライトであるので、窒素酸化物および／または炭化水素を効率よく除去することができる。

したがって、空気液化分離装置において、蒸留物中に窒素酸化物や炭化水素が濃縮されるのを未然に防ぎ、安全性の向上を図ることができる。

【0045】

また、第1吸着層と第2吸着層との間に、二酸化炭素を吸着除去する第3吸着層を設けることによって、空気中の二酸化炭素を除去した後に、この空気を第2吸着層に供給することができる。

したがって、第2吸着層における、窒素酸化物および／または炭化水素の除去率を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の空気液化分離用空気の精製装置の第1の実施形態を示す概略系統図である。

【図2】 本発明の空気液化分離用空気の精製装置の第2の実施形態を示す概略系統図である。

【図3】 ナトリュームX型ゼオライトでのマグネシューム交換率と一酸化二窒素吸着量との関係を示すグラフである。

【図4】 カルシュームX型ゼオライトでのマグネシューム交換率と一酸化二窒素吸着量との関係を示すグラフである。

【図5】 カルシュームA型ゼオライトでのマグネシューム交換率と一酸化二窒素吸着量との関係を示すグラフである。

【図6】 一酸化二窒素に関する吸着等温線を示すグラフである。

【図7】 ナトリュームX型ゼオライトの二酸化炭素と一酸化二窒素に関する吸着破過曲線を示すグラフである。

【図8】 ナトリュームX型ゼオライトの一酸化二窒素に関する吸着破過曲線を示すグラフである。

【図9】 ナトリュームX型ゼオライトの二酸化炭素に関する吸着破過曲線を示すグラフである。

【図10】 ナトリューム・マグネシュームX型ゼオライトの二酸化炭素と一酸化二窒素に関する吸着破過曲線を示すグラフである。

【図11】 ナトリューム・マグネシュームX型ゼオライトの一酸化二窒素に関する吸着破過曲線を示すグラフである。

【図12】 ナトリューム・マグネシュームX型ゼオライトの二酸化炭素に関する吸着破過曲線を示すグラフである。

【図13】 マグネシューム・カルシュームA型ゼオライトの二酸化炭素と一酸化二窒素に関する吸着破過曲線を示すグラフである。

【図14】 マグネシューム・カルシュームA型ゼオライトの一酸化二窒素に関する吸着破過曲線を示すグラフである。

【図15】 マグネシューム・カルシュームA型ゼオライトの二酸化炭素に関する吸着破過曲線を示すグラフである。

【符号の説明】

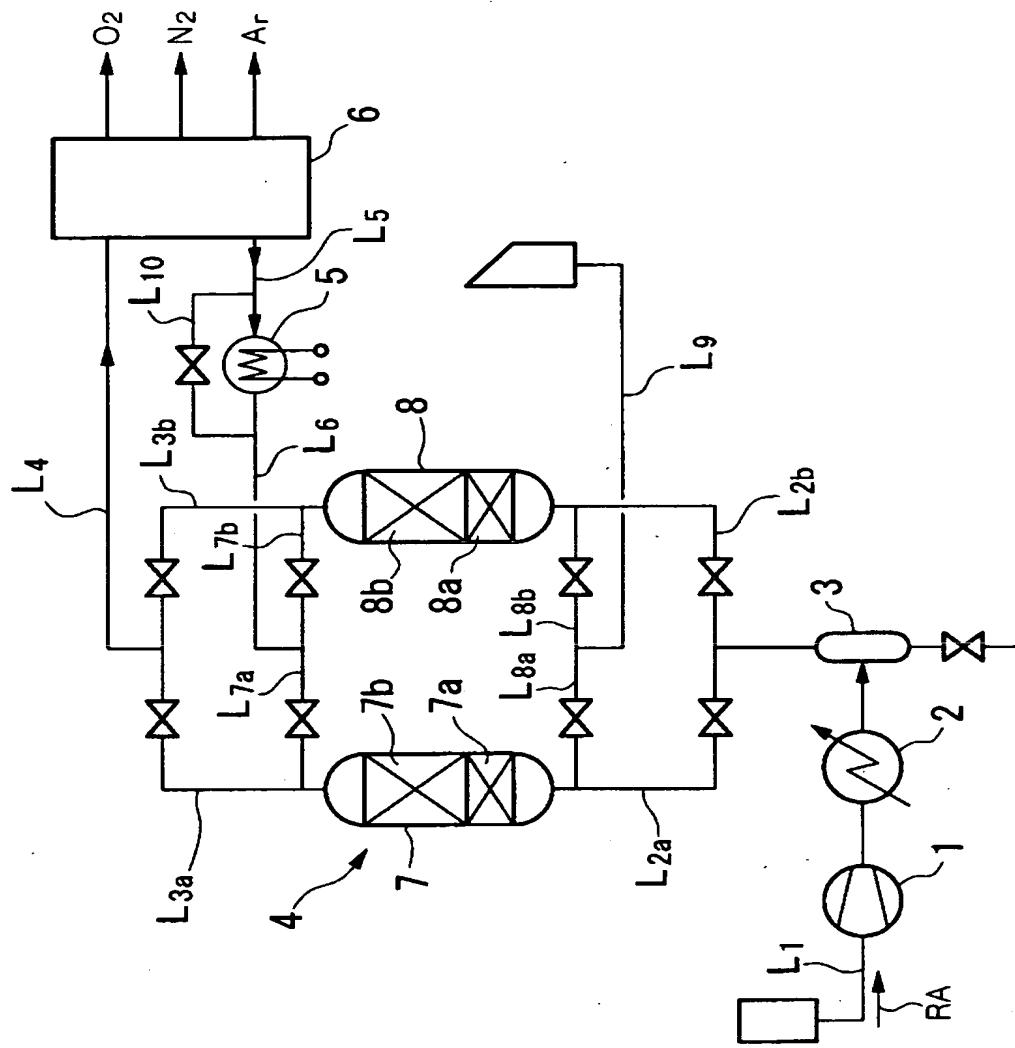
1…空気圧縮機、 2…冷却器、 3…水分離器、 4…吸着器、 5…加熱器、

6…空気液化分離装置、 7、 8…吸着筒、 7 a、 8 a…第1吸着層、 7 b、

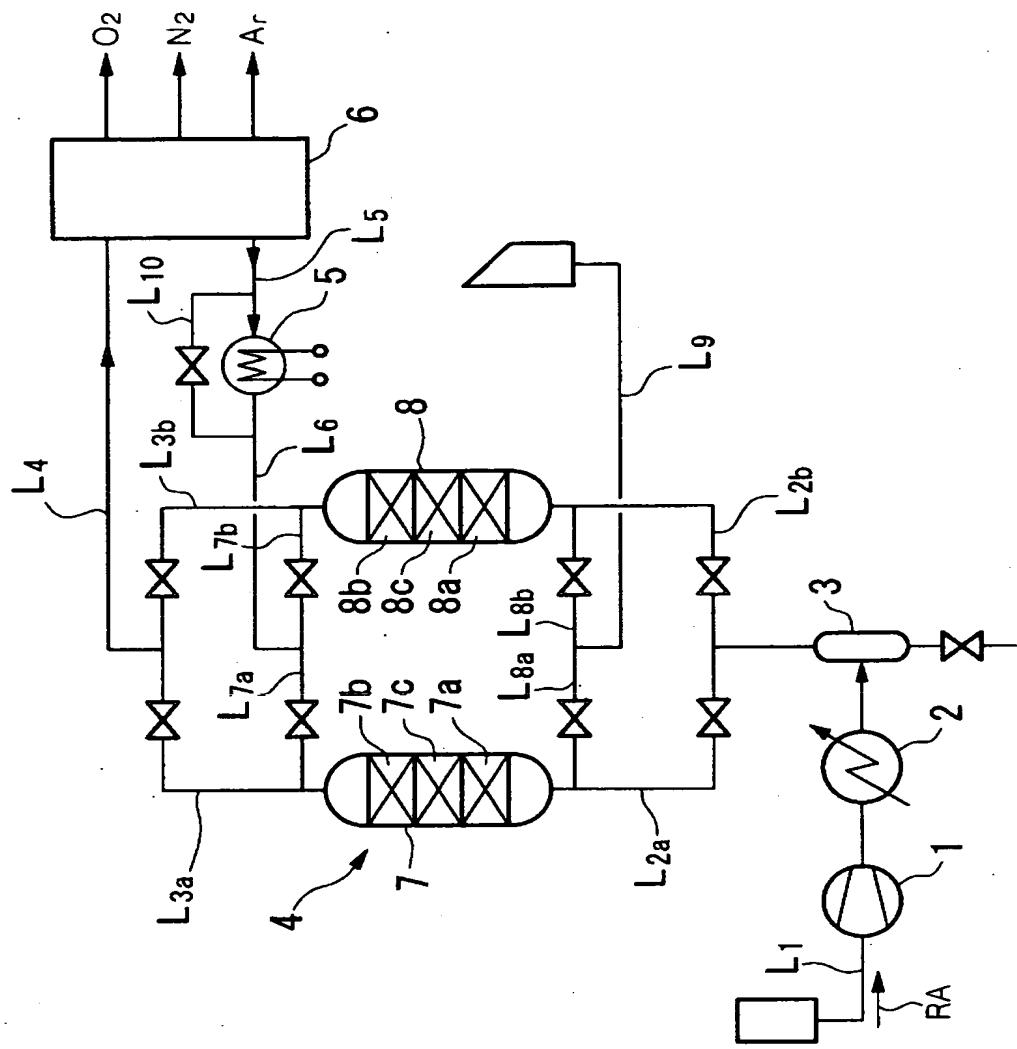
8 b…第2吸着層、 7 c、 8 c…第3吸着層、 RA…原料空気

【書類名】 図面

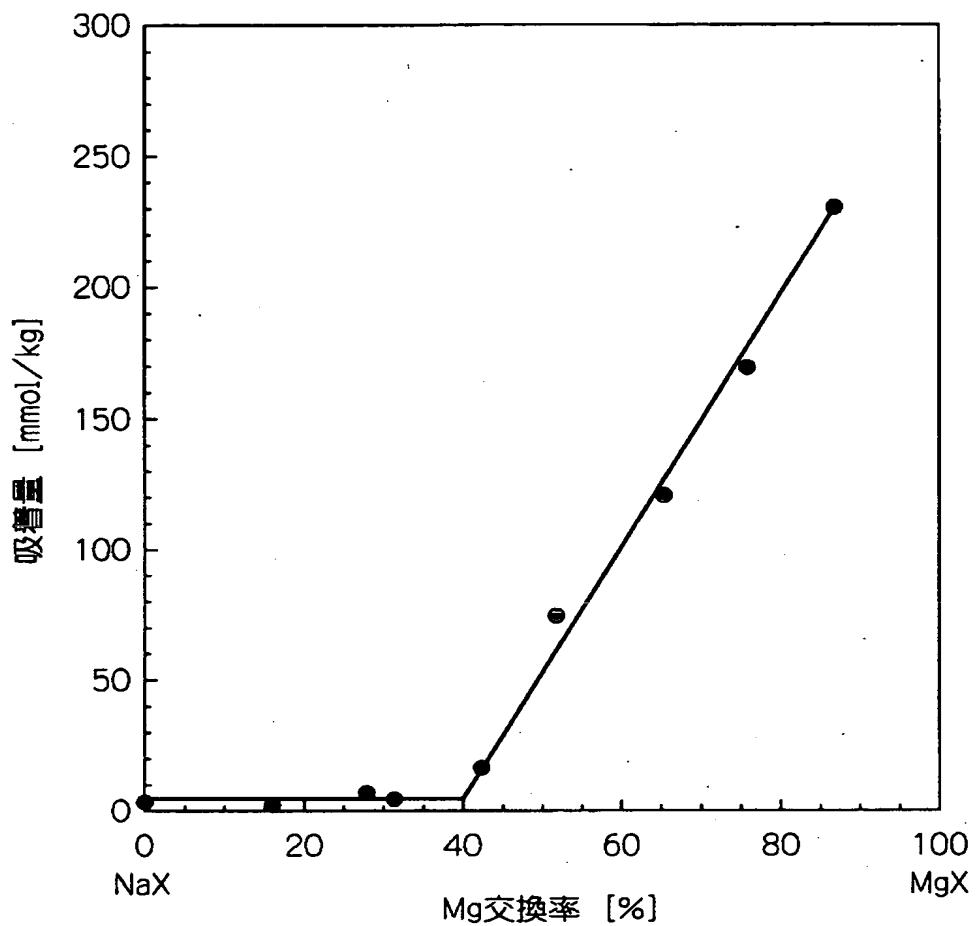
【図1】



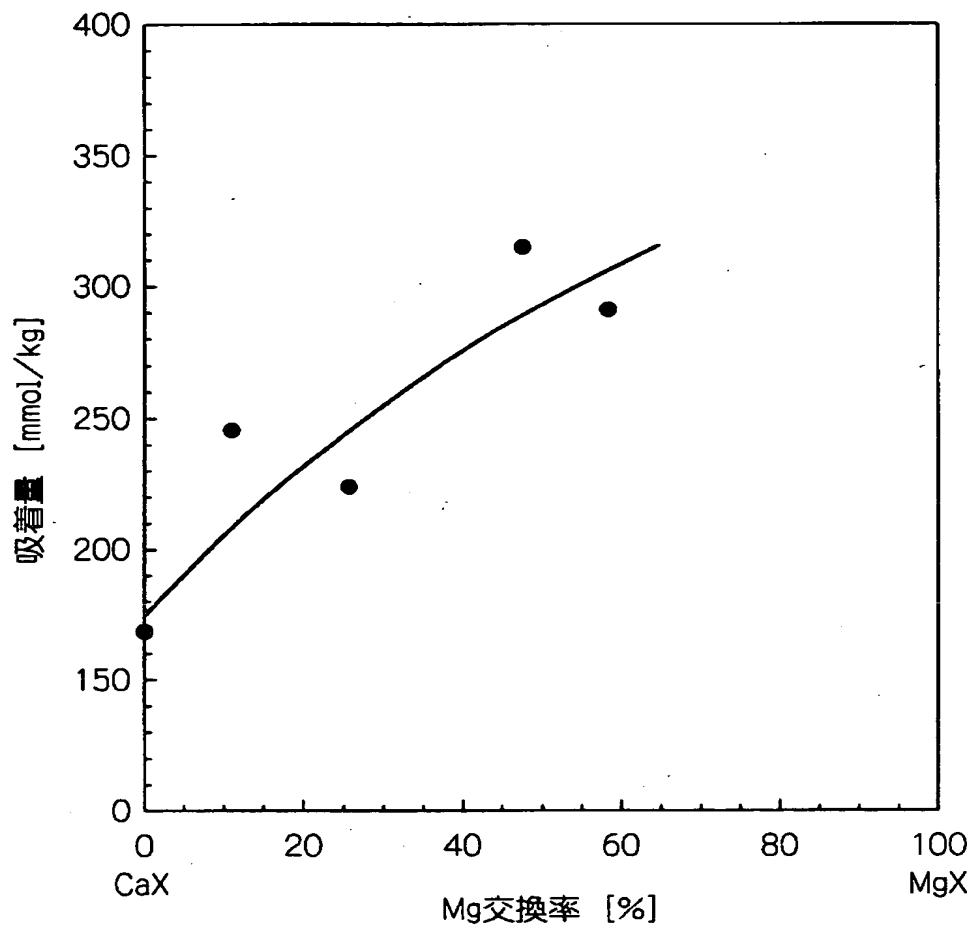
【図2】



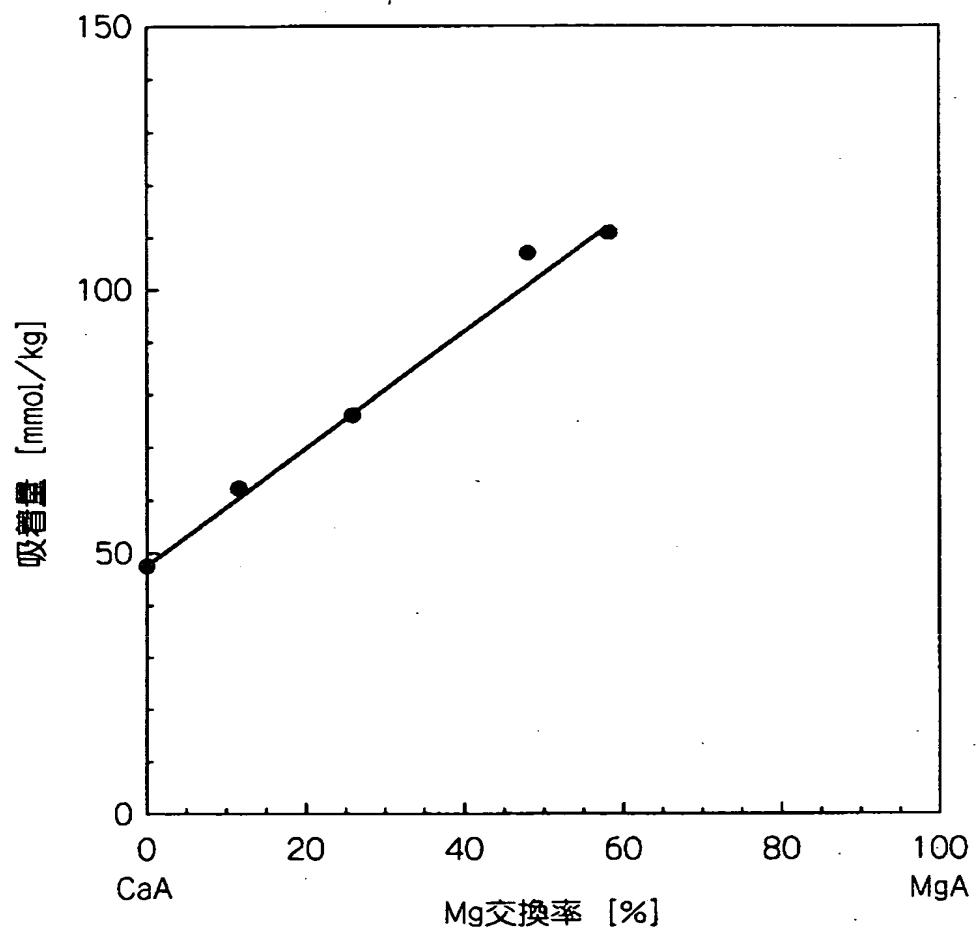
【図3】



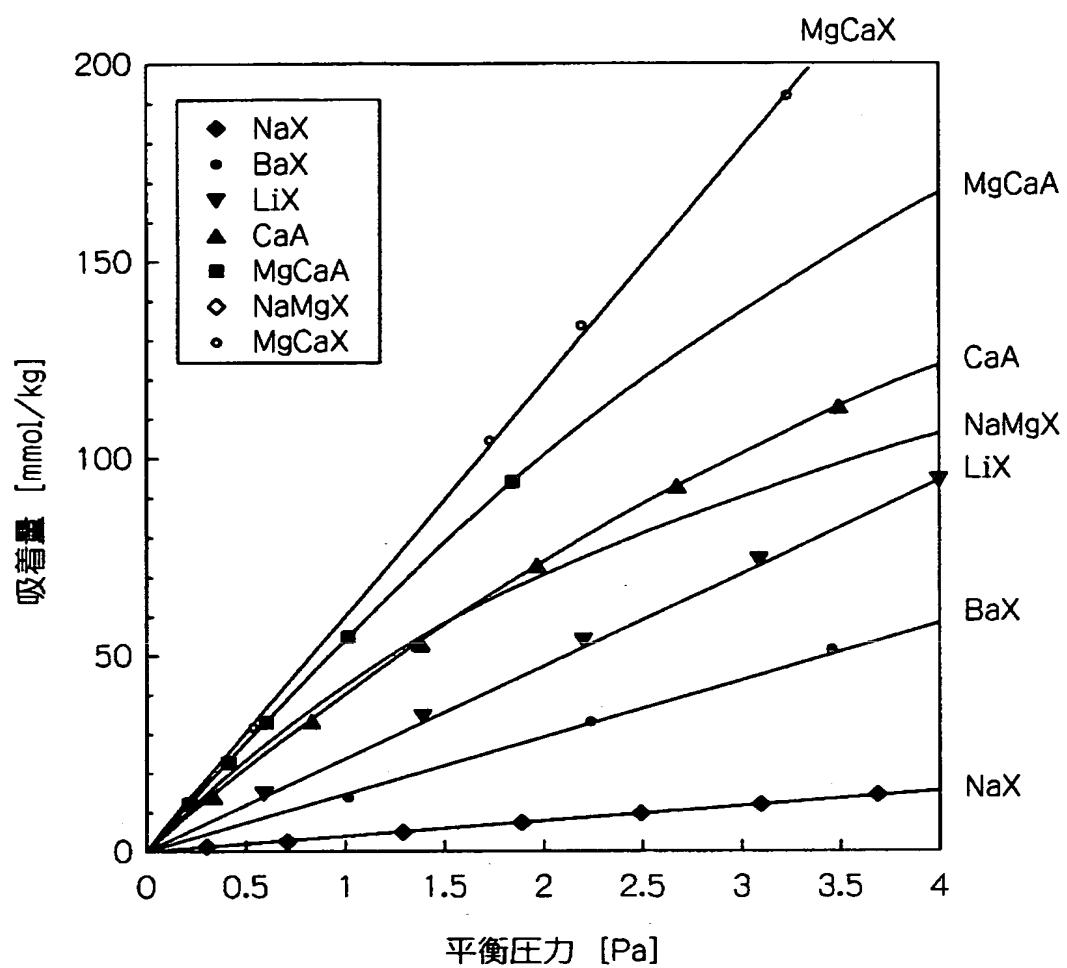
【図4】



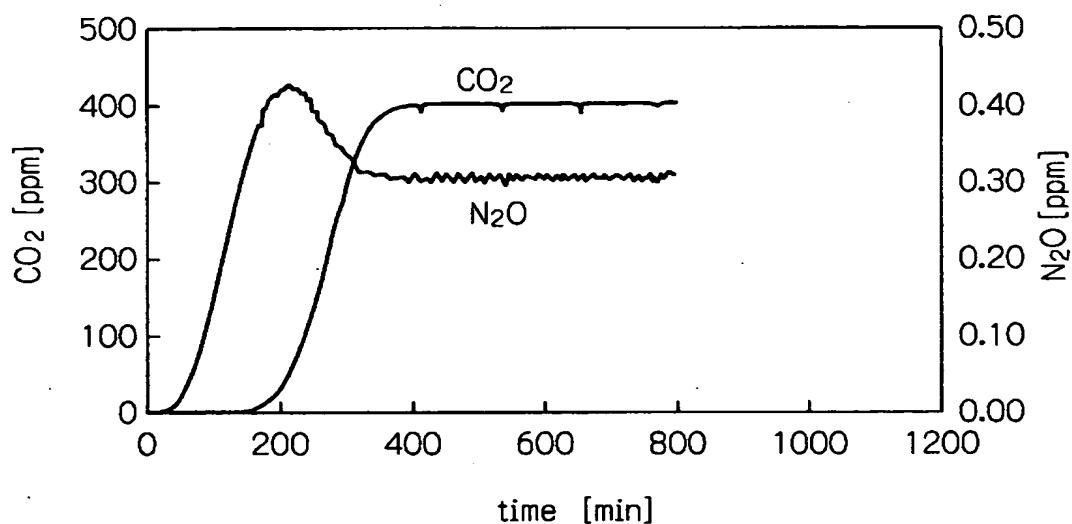
【図5】



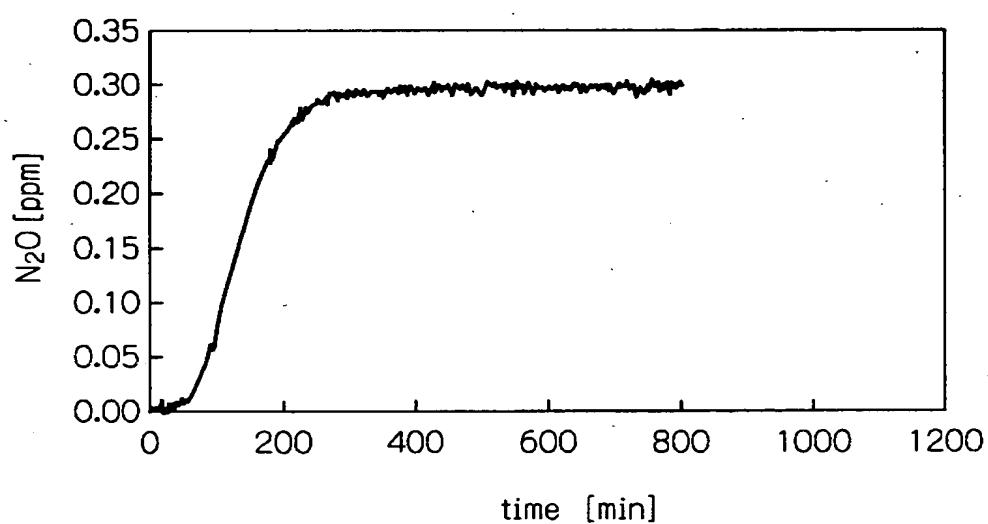
【図6】



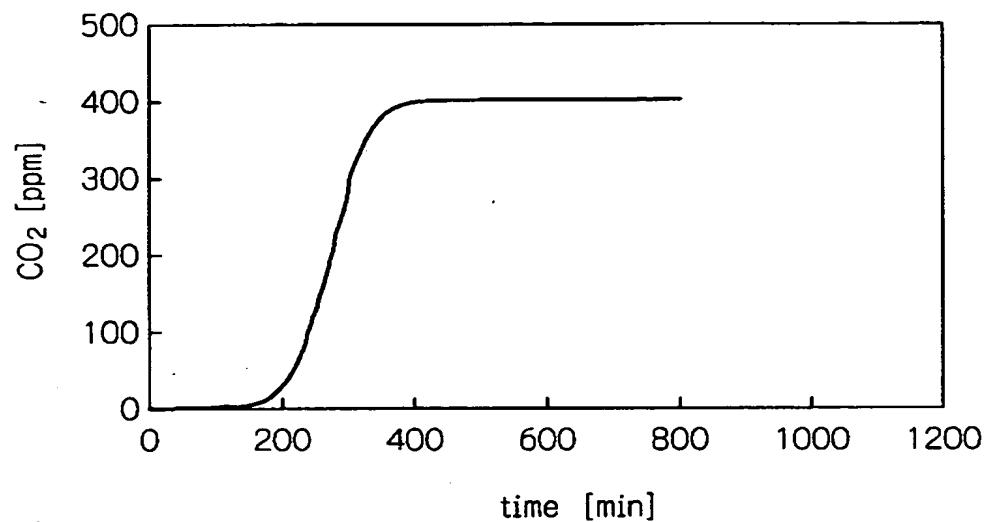
【図7】



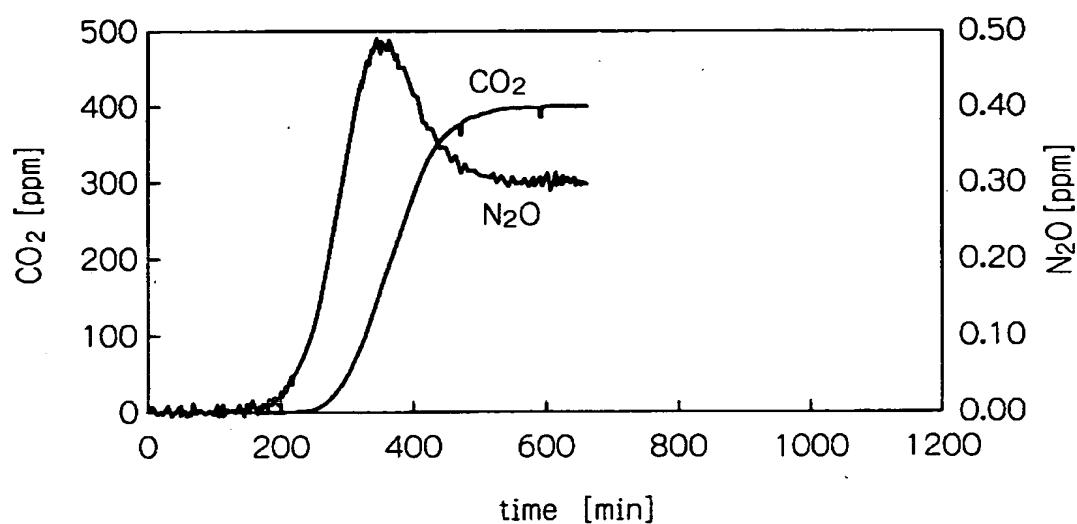
【図8】



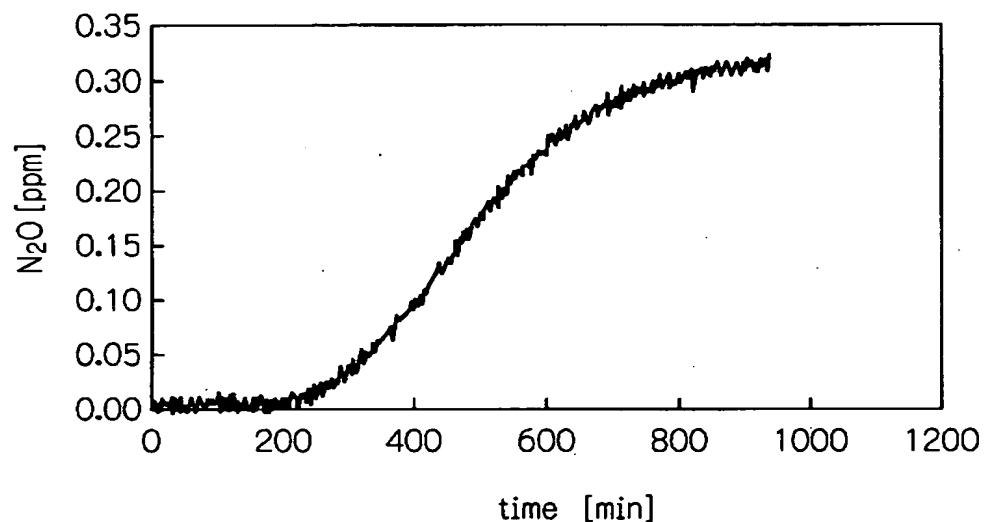
【図9】



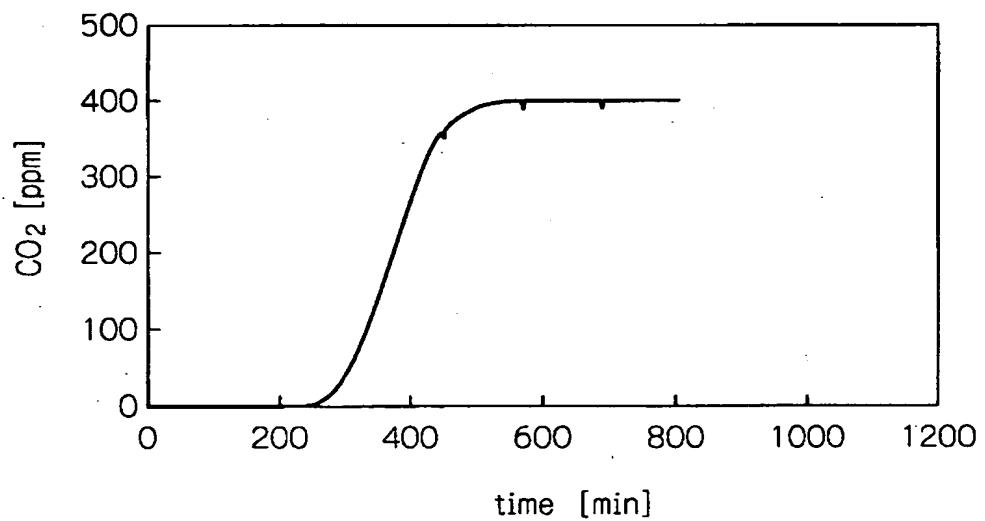
【図10】



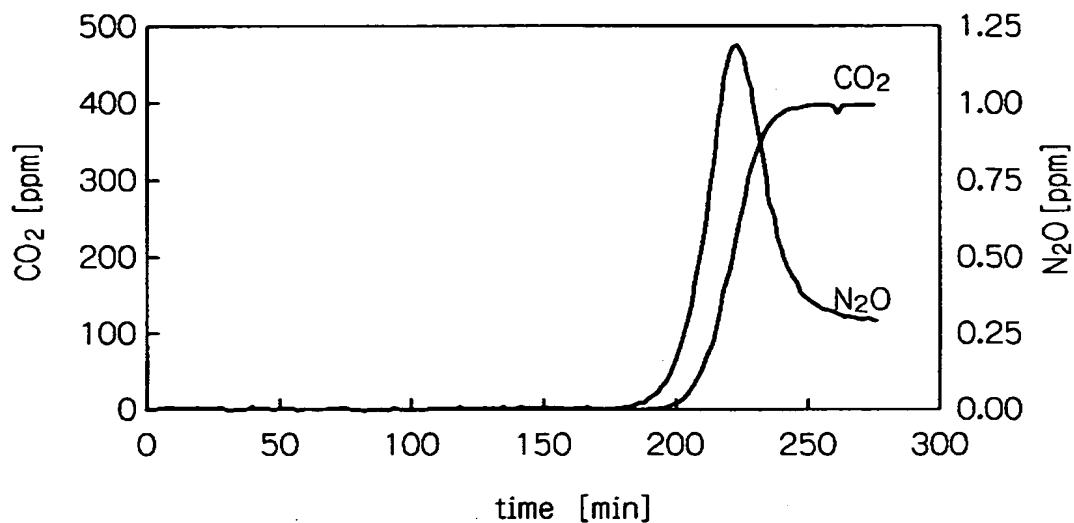
【図1.1】



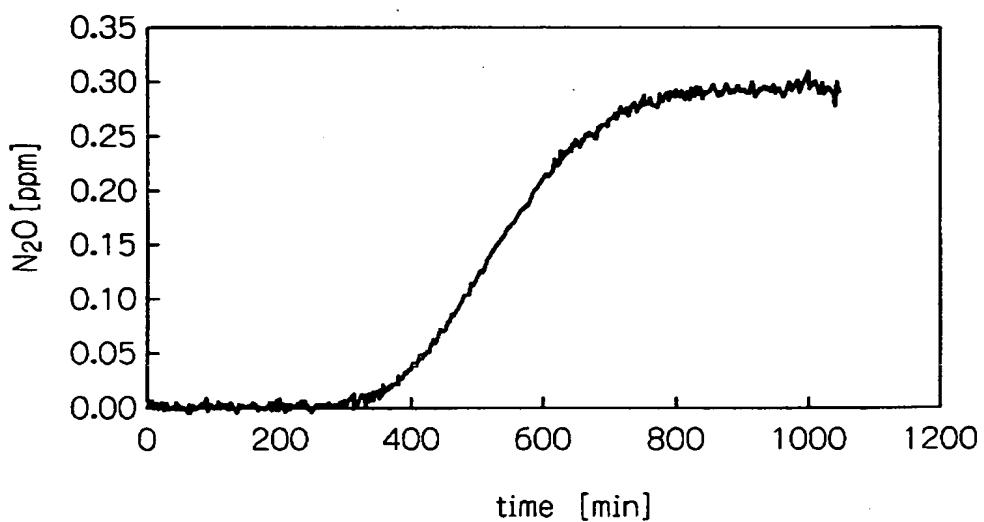
【図1.2】



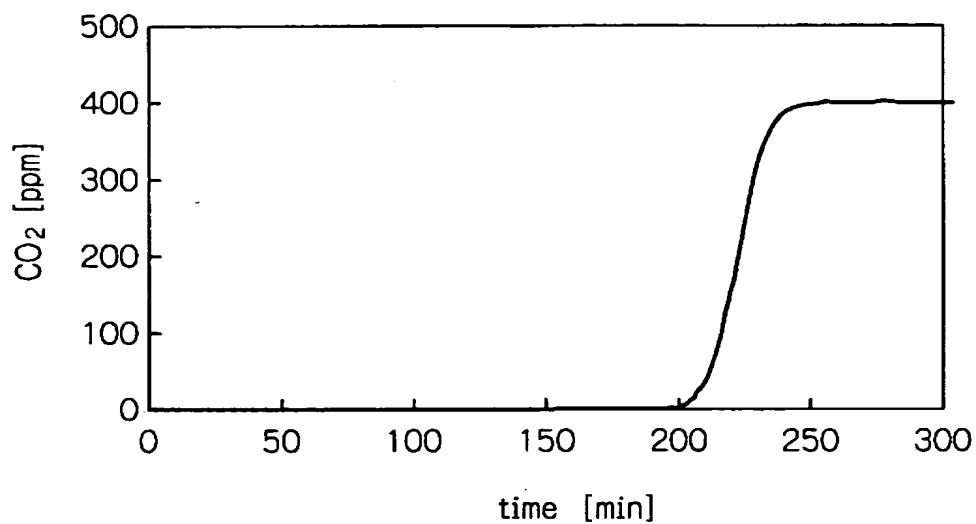
【図13】



【図14】



【図15】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 空気液化分離用空気を精製するにあたり、窒素酸化物および／または炭化水素を効率よく除去することができる精製装置および方法を提供する。

【解決手段】 空気中に含まれる水分を選択的に吸着する吸着剤からなる第1吸着層7a、8aと、第1吸着層7a、8aを経た空気中の窒素酸化物および／または炭化水素を選択的に吸着する吸着剤からなる第2吸着層7b、8bとを備えた吸着筒7、8を有する吸着器4を備え、第2吸着層7b、8bを構成する吸着剤が、イオン交換可能なカチオンとしてマグネシュームを含むX型ゼオライトである。

【選択図】 図1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2001-328366
受付番号	50101578900
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成13年10月30日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】 000231235

【住所又は居所】 東京都港区西新橋1丁目16番7号

【氏名又は名称】 日本酸素株式会社

【代理人】

【識別番号】 100064908

【住所又は居所】 東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所

【氏名又は名称】 志賀 正武

【選任した代理人】

【識別番号】 100108578

【住所又は居所】 東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所

【氏名又は名称】 高橋 詔男

【選任した代理人】

【識別番号】 100089037

【住所又は居所】 東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所

【氏名又は名称】 渡邊 隆

【選任した代理人】

【識別番号】 100101465

【住所又は居所】 東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所

【氏名又は名称】 青山 正和

【選任した代理人】

【識別番号】 100094400

【住所又は居所】 東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所

次頁有

認定・付加情報（続き）

【氏名又は名称】 鈴木 三義
【選任した代理人】
【識別番号】 100107836
【住所又は居所】 東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】 西 和哉
【選任した代理人】
【識別番号】 100108453
【住所又は居所】 東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】 村山 靖彦

次頁無

出願人履歴情報

識別番号 [000231235]

1. 変更年月日 1990年 8月16日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都港区西新橋1丁目16番7号
氏 名 日本酸素株式会社